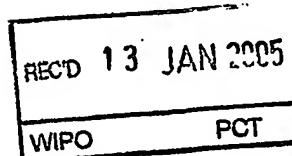


10.11.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日      2003年11月13日  
Date of Application:

出願番号      特願2003-383495  
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP2003-383495]

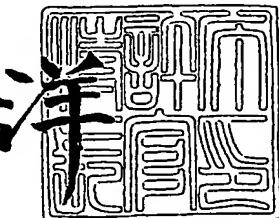
出願人      ダイキン工業株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年12月22日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川洋



BEST AVAILABLE COPY

**【書類名】** 特許願  
**【整理番号】** 191801  
**【提出日】** 平成15年11月13日  
**【あて先】** 特許庁長官殿  
**【国際特許分類】** C09K 3/101  
 D06M 15/277

**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内  
**【氏名】** 福森 正樹

**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内  
**【氏名】** 阿賀 司

**【特許出願人】**  
**【識別番号】** 000002853  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号梅田センタービル  
**【氏名又は名称】** ダイキン工業株式会社

**【代理人】**  
**【識別番号】** 100086405  
**【弁理士】**  
**【氏名又は名称】** 河宮 治  
**【電話番号】** 06-6949-1261  
**【ファクシミリ番号】** 06-6949-0361

**【選任した代理人】**  
**【識別番号】** 100100158  
**【弁理士】**  
**【氏名又は名称】** 鮫島 瞳  
**【電話番号】** 06-6949-1261  
**【ファクシミリ番号】** 06-6949-0361

**【選任した代理人】**  
**【識別番号】** 100107180  
**【弁理士】**  
**【氏名又は名称】** 玄番 佐奈恵  
**【電話番号】** 06-6949-1261  
**【ファクシミリ番号】** 06-6949-0361

**【手数料の表示】**  
**【予納台帳番号】** 163028  
**【納付金額】** 21,000円

**【提出物件の目録】**  
**【物件名】** 特許請求の範囲 1  
**【物件名】** 明細書 1  
**【物件名】** 要約書 1  
**【包括委任状番号】** 0307180

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項 1】**

(I) パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基もしくは $\alpha$ -置換アクリル酸基を有する重合性化合物、含塩素重合性化合物、および場合により存在するそれらと共に重合可能な重合性化合物との共重合体、ならびに

(II) 塩酸を捕捉する化合物を含んでなる撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 2】**

塩酸を捕捉する化合物がエポキシ化合物もしくは弱塩基性化合物もしくはそれらの併用である請求項 1 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 3】**

エポキシ化合物がエポキシ化植物油である請求項 2 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 4】**

エポキシ化植物油がエポキシ化大豆油もしくはエポキシ化アマニ油である請求項 3 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 5】**

弱塩基化合物が、酸の金属塩である請求項 2 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 6】**

弱塩基化合物が炭酸水素ナトリウムもしくは炭酸ナトリウムである請求項 2 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 7】**

含塩素重合性化合物が塩化ビニルもしくは塩化ビニリデンもしくは $\alpha$ -クロロアクリレートもしくは3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレートである請求項 1 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 8】**

水性分散液が界面活性剤をも含み、界面活性剤がノニオン性界面活性剤だから成る請求項 1 ~ 7 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 9】**

ノニオン性界面活性剤がHLB の異なる 3 種類である請求項 8 に記載の撥水撥油剤水性分散液。

**【請求項 10】**

請求項 1 ~ 9 に記載の水性分散液を適用した繊維製品。

**【請求項 11】**

請求項 1 ~ 9 に記載の水性分散液を用いる繊維製品の加工法。

【書類名】明細書

【発明の名称】撥水撥油剤水性分散液

【技術分野】

【0001】

本発明は、撥水撥油剤水性分散液に関し、より詳しくは、塩素を捕捉する化合物を含む撥水撥油剤水性分散液に関する。

【背景技術】

【0002】

パーカルオロアルキル基もしくはパーカルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の重合体が繊維織物等の撥水撥油剤として有用であることは知られており、特に該重合体を界面活性剤により水性媒体中に分散せしめた水性分散液が工業的に広く使用されている。

また、上記の含フッ素重合性化合物に塩化ビニルや塩化ビニリデンや $\alpha$ -クロロアクリレートといった含塩素重合性化合物を共重合させる事により、優れた耐久性を付与できる事も一般に知られている。

【0003】

しかるにこれらの共重合物を長期間貯蔵しておくとエマルジョンが不安定な状態となり、ひいては処理時の性能低下が起こることも認められていた。

この問題を解決するために、特開平4-80218号公報では未反応塩化ビニルモノマーまたは塩化ビニリデンモノマー濃度を10 ppm以下とすることを、また特開平4-80219号公報では塩素イオン濃度を20 mol%以下とすることを提案している。

しかしながら、常温での貯蔵安定性は充分ではなく、また高温下で貯蔵される場合においては貯蔵安定性は殆どなく、特にノニオン性界面活性剤を用いた場合には顕著であった。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の目的は、優れた撥水撥油性を基材に付与でき、優れた保存安定性を有する撥水撥油剤分散液を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、

(I) パーカルオロアルキル基もしくはパーカルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基もしくは $\alpha$ -置換アクリル酸基を有する重合性化合物、含塩素重合性化合物、および場合により存在するそれらと共に重合可能な重合性化合物との共重合体、ならびに

(II) 塩酸を捕捉する化合物  
を含んでなる撥水撥油剤水性分散液に関する。

【発明の効果】

【0006】

塩化ビニルや塩化ビニリデンや $\alpha$ -クロロアクリレートといった含塩素重合性化合物から経時に発生する塩酸を(例えば、エポキシ化合物または弱塩基で)トラップすることで、長期間貯蔵しても安定性低下および性能低下が起こらない撥水撥油剤分散液が得られる。

更に、生地の黄変を抑制する効果があることも分かった。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

[重合体(I)]

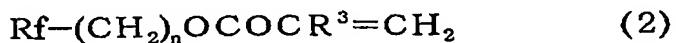
重合体(I)は、パーカルオロアルキル基もしくはパーカルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基もしくは $\alpha$ -置換アクリル酸基を有する重合性化合物(

すなわち、含フッ素重合性化合物)、含塩素重合性化合物、および場合により存在する他の重合性化合物からなる共重合体である。

## 【0008】

含フッ素重合性化合物の例として、式：

## 【化1】



## 【0009】

[式中、Rfは炭素数1～21のパーフルオロアルキル基またはパーフルオロアルケニル基、

R<sup>1</sup>は水素または炭素数1～10のアルキル基、

R<sup>2</sup>は炭素数1～10のアルキレン基、

R<sup>3</sup>は、水素原子、メチル基、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子、CFX<sup>1</sup>X<sup>2</sup>基(但し、X<sup>1</sup>およびX<sup>2</sup>は、水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子である。)、シアノ基、炭素数1～21の直鎖状または分岐状のフルオロアルキル基、置換または非置換のベンジル基、置換または非置換のフェニル基、

Arは置換基を有することもあるアリール基、

nは1～10の整数を表わす。]

で示される(メタ)アクリレートを挙げることができる。

## 【0010】

上記式において、Rf基が、パーフルオロアルキル基であることが好ましい。Rf基の炭素数は、1～21、特に2～20、特別には4～16、例えば6～14である。Rf基の炭素数は、1～6、特に1～4であってもよい。Rf基の例は、-CF<sub>3</sub>、-CF<sub>2</sub>CF、-CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>、-CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>、-CF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-C(CF<sub>3</sub>)<sub>3</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CF<sub>3</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-CF<sub>2</sub>C(CF<sub>3</sub>)<sub>3</sub>、-CF(CF<sub>3</sub>)CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CF<sub>3</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CF<sub>3</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-(CF<sub>2</sub>)<sub>9</sub>CF<sub>3</sub>等である。

## 【0011】

アクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する含フッ素重合性化合物の具体例は、

CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>(CH<sub>2</sub>)OCOCH=CH<sub>2</sub>、

CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>)OCOC(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub>、

(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CF(CF<sub>2</sub>)<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>OCOCH=CH<sub>2</sub>、

CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>OCOC(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub>、

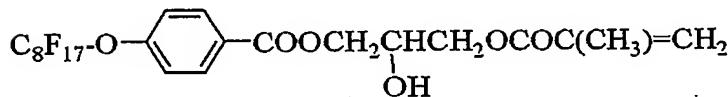
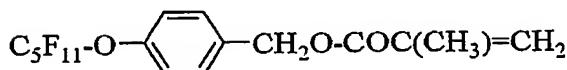
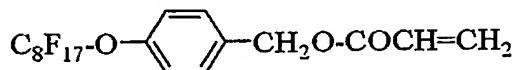
CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>OCOCH=CH<sub>2</sub>、

$\text{C}_3\text{F}_3\text{CF}_2(\text{CH}_2)_2\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ 、  
 $\text{C}_3\text{F}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ 、

$\text{C}_3\text{F}_3(\text{CF}_2)_7\text{SO}_2\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2)_2\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ 、  
 $\text{C}_3\text{F}_3(\text{CF}_2)_7\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{CH}_2)_2\text{OCOCH}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ 、  
 $(\text{CF}_3)_2\text{CF}(\text{CF}_2)_6\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{OCOCH}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ 、  
 $(\text{CF}_3)_2\text{CF}(\text{CF}_2)_6\text{CH}_2\text{CH(OH)}\text{CH}_2\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ 、

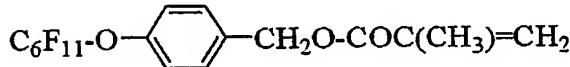
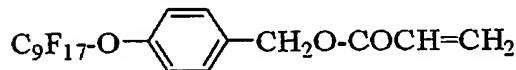
【0012】

【化2】



【0013】

【化3】



を例示することができる。

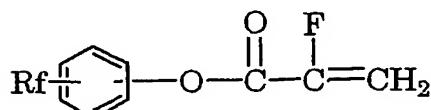
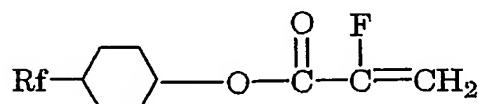
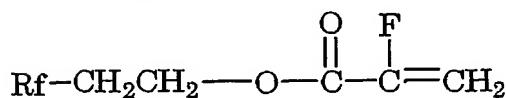
【0014】

$\alpha$ -置換アクリル酸基において、 $\alpha$ 置換基の例は、ハロゲン原子、ハロゲン原子で水素原子を置換した（例えば、炭素数1～21の）アルキル基（例えば、モノフルオロメチル基およびジフルオロメチル基）、シアノ基、芳香族基（例えば、置換または非置換のベンジル基、置換または非置換のフェニル基）である。

【0015】

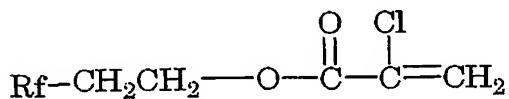
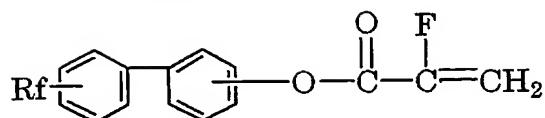
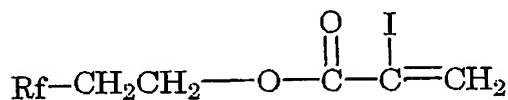
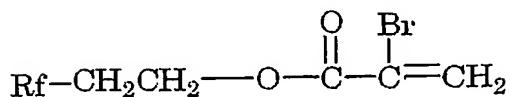
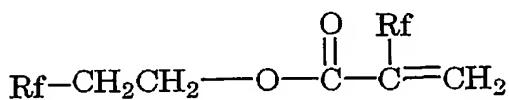
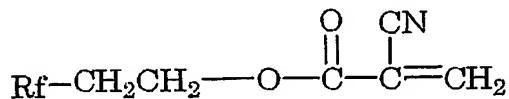
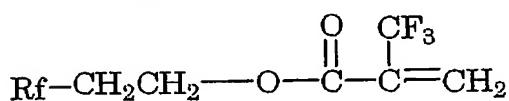
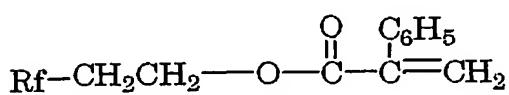
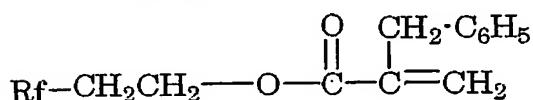
$\alpha$ -置換アクリル酸基を有する含フッ素重合性化合物の具体例は、次のとおりである。

【化4】



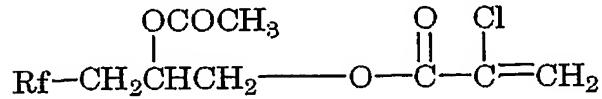
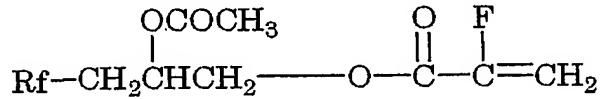
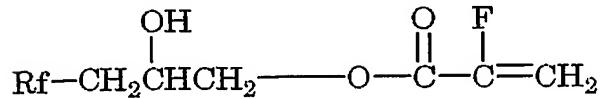
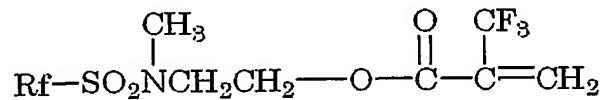
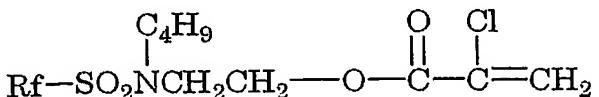
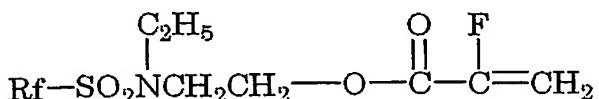
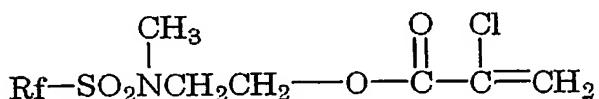
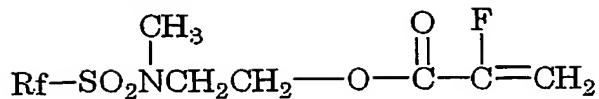
【0016】

【化5】

【0017】  
【化6】【0018】  
【化7】【0019】  
【化8】

【0020】

## 【化9】



[式中、R f は炭素数1～21の直鎖状または分岐状のパーフルオロアルキル基またはパーフルオロアルケニル基である。]

## 【0021】

含塩素重合性化合物は、塩素および炭素-炭素二重結合を有する化合物である。含塩素重合性化合物の例は、塩化ビニル、塩化ビニリデン、 $\alpha$ -クロロアクリレート（例えば、アルキル（炭素数1～30）エステル）および3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレートである。

## 【0022】

他の共重合可能な重合性化合物には種々のものがあるが、例示すると、

(1)アクリル酸およびメタクリル酸ならびにこれらのメチル、エチル、ブチル、イソブチル、t-ブチル、プロピル、2-エチルヘキシル、ヘキシル、デシル、ラウリル、ステアリル、イソボルニル、 $\beta$ -ヒドロキシエチル、グリシジルエステル、フェニル、ベンジル、4-シアノフェニルエステル類、

(2)酢酸、プロピオン酸、カプリル酸、ラウリル酸、ステアリン酸等の脂肪酸のビニルエ斯特爾類、

(3)スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、p-メチルスチレン等のスチレン系化合物、

(4)フッ化ビニル、臭化ビニル、フッ化ビニリデン等の（塩化物を除く）ハロゲン化ビニルまたはビニリデン化合物類、

- (5)ヘプタン酸アリル、カプリル酸アリル、カプロン酸アリル等の脂肪族のアリルエステル類、  
 (6)ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン等のビニルアルキルケトン類、  
 (7)N-メチルアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド等のアクリルアミド類  
 および  
 (8)2,3-ジクロロ-1,3-ブタジエン、イソプレン等のジエン類などを例示できる。

## 【0023】

重合体(I)において、含フッ素重合性化合物の量は30~90重量%、例えば50~80重量%であり、含塩素重合性化合物の量は1~50重量%、例えば10~30重量%であり、他の重合性化合物の量は0~50重量%、例えば5~30重量%であつてよい。

## 【0024】

## [塩酸捕捉化合物 (II)]

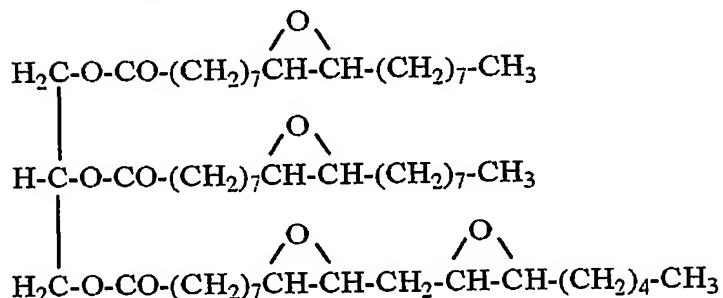
塩酸捕捉化合物(II)の例は、エポシキ化合物および弱塩基化合物である。塩素捕捉化合物(II)としては、エポキシ化合物と弱塩基化合物の併用が好ましい。

エポキシ化合物の例は、エポキシ化植物油、エポキシ化脂肪酸エステルである。エポキシ化植物油の例は、エポキシ化大豆油、エポキシ化アマニ油、エポキシ化綿実油、エポキシ化紅花油である。

## 【0025】

エポキシ化大豆油は、例えば、式：

## 【化10】

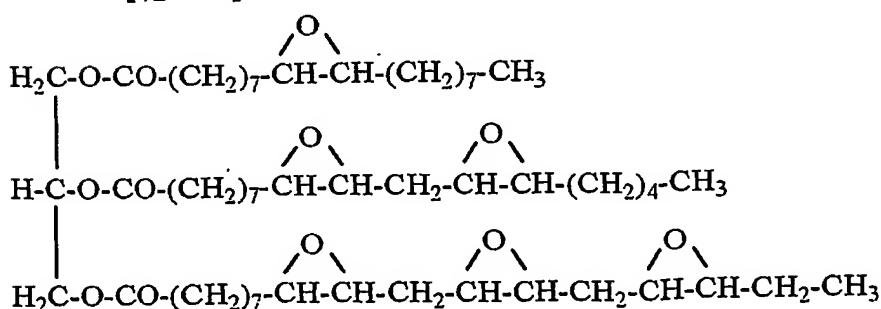


で示される化合物である。

## 【0026】

エポキシ化アマニ油は、例えば、式：

## 【化11】



で示される化合物である。

## 【0027】

弱塩基化合物は、弱塩基性を示す化合物である。弱塩基化合物の例は、例えば酸の金属塩である。酸の金属塩において、酸は無機酸または有機酸であつてよく、金属はアルカリ金属またはアルカリ土類金属であつてよい。弱塩基化合物の例は、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、アンモニア、水酸化マグネシウム、水酸化銅、水酸化アルミニウム、水

酸化鉄である。水性分散液を基体に適用する際の処理浴のpHは、一般に4～9、特に6～8である。

### 【0028】

塩素捕捉化合物（II）の量は、含フッ素重合体100重量部に対して、1～50重量部、特に1～20重量部であってよい。エポキシ化合物と弱塩基化合物とを併用する場合に、エポキシ化合物と弱塩基化合物の重量比は、9.9:0.1～1:9、特に9.5:0.5～5:5であってよい。

### 【0029】

#### 【界面活性剤】

本発明においては、含フッ素重合体を水性分散液に良好に分散させるために、一般に、界面活性剤を使用する。界面活性剤は、ノニオン系またはイオン系（例えば、カチオン系、アニオン系、両性系）であってよい。界面活性剤として、ノニオン性界面活性剤および／またはカチオン性界面活性剤を使用することが好ましい。界面活性剤は、ノニオン性界面活性剤のみからなるか、ノニオン性界面活性剤とカチオン性界面活性剤の組み合わせであることが好ましい。

### 【0030】

ノニオン性界面活性剤の例は、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンモノラウレート、ポリオキシエチレンモノステアレート、ポリオキシエチレンモノオレエート、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタントリオレエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンプロックポリマー、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリエーテル変性シリコーンオイル（商品名：SH3746、SH3748、SH3749、SH3771（東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製）、パーフルオロアルキルエチレンオキシド付加物（商品名：ユニダインDS-401、DS-403（ダイキン工業（株）製）、フルオロアルキルエチレンオキシド付加物（商品名：ユニダインDS-406（ダイキン工業（株）製）、パーフルオロアルキルオリゴマー（商品名：ユニダインDS-451（ダイキン工業（株）製）などである。

### 【0031】

ノニオン性界面活性剤の市販品の例としては、ポリオキシエチレンオレイルエーテル（商品名：エマルゲン430、花王（株）製）、ポリオキシエチレンラウリルエーテル（商品名：NIKKOL BL-21、日光ケミカルズ（株）製）がある。

### 【0032】

カチオン性界面活性剤の例には、ドデシルトリメチルアンモニウムアセテート、トリメチルテトラデシルアンモニウムクロライド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムプロマイド、トリメチルオクタデシルアンモニウムクロライド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド、（ドデシルメチルベンジル）トリメチルアンモニウムクロライド、ジドデシルジメチルアンモニウムクロライド、ジオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド、ベンジルドデシルジメチルアンモニウムクロライド、ベンジルテトラデシルジメチルアンモニウムクロライド、ベンジルオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド、メチルドデシルジ（ヒドロポリオキシエチレン）アンモニウムクロライド、ベンジルドデシルジ（ヒドロポリオキシエチレン）アンモニウムクロライド、N-[2-(ジエチルアミノ)エチル]オレアミド塩酸塩が含まれる。

### 【0033】

本発明において、3種のノニオン性界面活性剤を使用することが特に好ましい。3種のノニオン性界面活性剤は、（a）HLBが12未満であるノニオン性界面活性剤、（b）

HLBが12以上～17未満であるノニオン性界面活性剤、(c) HLBが17以上であるノニオン性界面活性剤の3種の界面活性剤であることが好ましい。HLBは、HLB値はカタログ値のあるものはその値を、ないものは計算値（参考文献：W.G.Griffin, J. Soc. Cosmetic Chemists, 1, 311(1949)及びW.G.Griffin, J. Soc. Cosmetic Chemists, 5, 249(1954)）を採用する。

界面活性剤(a)、(b)、(c)の例は、次のとおりである。

- (a) : 日本油脂製 ノニオンPP-40R (HLB値: 6.7)
- (b) : 日本油脂製 ノニオンPT-221 (HLB値: 15.6)
- (c) : 日本油脂製 ノニオンS-40 (HLB値: 18.2)

#### 【0034】

界面活性剤の量は、含フッ素重合体(I)100重量部に対して、1～30重量部、特に5～20重量部であってよい。ノニオン性界面活性剤とカチオン性界面活性剤を組み合て用いる場合、カチオン性界面活性剤の量は、ノニオン性界面活性剤100重量部に對して、100重量部以下、特に0.1～50重量部であってよい。上記のHLBの異なる3種のノニオン性界面活性剤(a)～(c)を用いる場合に、ノニオン性界面活性剤(a)とノニオン性界面活性剤(b)とノニオン性界面活性剤(c)の重量比は、10～40:50～80:5～30、特に10～20:50～70:10～20であってよい。

#### 【0035】

##### [有機溶剤]

本発明の撥水撥油剤水性分散液は、有機溶剤を含有しても含有しなくてもよい。有機溶剤の例としては、既存の水溶性のものが使用可能である。

#### 【0036】

本発明の分散液を製造するには、界面活性剤の存在下で重合性化合物を、必要により有機溶剤を加えた水中で乳化重合して、重合体の乳濁液を得る。必要に応じて、乳濁液に、水および／または界面活性剤を加えて、撥水撥油剤水性分散液を得る。撥水撥油剤水性分散液の重合体濃度は、例えば、0.1～50重量%である。

#### 【0037】

本発明の分散液を適用する適当な基体は、フィルム、纖維、糸、織布、カーペットならびに天然重合体物質や変性された天然重合体物質や合成重合体物質から得られたフイラメント、纖維あるいは糸で作られた製品である。基体は、纖維、糸または布の形態である纖維製品であることが好ましい。

#### 【0038】

本発明の分散液を基体に適用するには、塗布、浸漬、吹きつけ、パッティング、ロール被覆あるいはこれらの方針の組み合せによるのが望ましい。例えば、浴の固形分量を0.1～10重量%にすることによってパッド浴として使用する。基体をこの浴でパッドし、次に普通絞りロールで過剰の液を除いて乾燥吸収(基体上の乾燥重合体の重量)が基体の約0.01～1重量%となるようにする。次いで処理基体を100～200℃に加熱するのがよい。

#### 【実施例】

#### 【0039】

以下に実施例および比較例を示し、本発明を更に詳しく説明する。

実施例および比較例において、次のように評価を行った。

#### 【0040】

##### 撥水撥油性の洗濯耐久性

水性分散液を水道水で固形分濃度1.0重量%に希釈し、綿布を処理液に浸漬し、マングルで絞って、ウェットピックアップ60%とし、100℃で2分間乾燥し、160℃で1分間熱処理する。AATCC-135法による洗濯を3回繰り返して行い、その後の撥水撥油性を評価する(HL-3)。

。

撥水性 : AATCC-22法

撥油性 : AATCC-118法

## 【0041】

貯蔵安定性

水性分散液（固形分30重量%）の初期と50℃で1ヶ月保存後の平均粒子径（散乱強度）を、大塚電子製FPAR-1000にて測定し、以下の基準で評価した。

- ：変化率10%以内
- △：変化率10～20%
- ×：変化率20%以上

## 【0042】

生地の黄変

水性分散液を水道水で固形分濃度1.0重量%に希釀し、綿布を処理液に浸漬し、マンゲルで絞って、ウェットピックアップ60%とし、100℃で2分間乾燥し、160℃で1分間熱処理する。ミノルタ製CR-300色差計で未処理布とのb値の違いを測定し、以下の基準で評価した。

- ：△b=0.1以内
- △：△b=0.1～0.5
- ×：△b=0.5以上

## 【0043】

## 実施例1

1Lオートクレーブに $C_n F_{2n+1} CH_2 CH_2 OCOCH=CH_2$  ( $n = 6, 8, 10, 12, 14$  ( $n$ の平均は8)) の化合物の混合物) (FA) (含フッ素モノマー) 150g、ステアリルアクリレート75g、N-メチロールアクリルアミド3g、純水300g、トリプロピレングリコール80g、ポリオキシエチレンラウリルエーテル25g、エポキシ化大豆油10gを入れ、攪拌下に40℃で30分間、超音波で乳化分散させた。乳化後、n-ドデシルメルカプタン1gを添加し、次に、塩化ビニル(含塩素重合性化合物) 30gを圧入充填した。アゾビスイソブチルアミジン-2塩酸塩0.8gを添加し、60℃で5時間反応させ、重合体の水性エマルションを得た。重合体の組成(重量比)は、仕込みモノマー組成とほぼ同様であった。この水性エマルションに炭酸水素ナトリウムを0.7g加えて、pHを7に調整した撥水撥油剤水性分散液を得た。

撥水撥油剤水性分散液について、初期および50℃で1ヶ月間貯蔵させた後の洗濯耐久性と初期の生地黄変を評価した。

結果を表1に示す。

## 【0044】

## 実施例2～5

含塩素重合性化合物およびエポキシ化合物として、同重量の表1に示す化合物を使用する以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。実施例4においては、塩化ビニルおよびステアリルアクリレートに代えて、同重量(105g)のステアリルα-クロロアクリレートを使用した。

なお、pH設定値の変更における炭酸水素ナトリウムの添加量は以下の通りである。

- 実施例2：0.7g
- 実施例3：0.5g
- 実施例4：0.4g
- 実施例5：1.5g

結果を表1に示す。

## 【0045】

## 実施例6～7

含塩素重合性化合物およびエポキシ化合物として、同重量の表1に示す化合物を使用し、オクタデシルトリメチルアンモニウムクロライド(実施例6では3g、実施例7では2g)をポリオキシエチレンラウリルエーテル25gに追加する以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0046】

## 実施例 8

F Aに代えて同重量(150g)のC<sub>4</sub>F<sub>9</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCOCH=CH<sub>2</sub>を使用し、炭酸水素ナトリウム0.7gに代えて炭酸ナトリウムを0.9g加えてpHを8に調整した以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0047】

## 実施例 9

F Aに代えて同重量(150g)のC<sub>4</sub>F<sub>9</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCOCCl=CH<sub>2</sub>を使用し、塩化ビニルを使用せず、ステアリルアクリレートの量を100gに増やし、炭酸水素ナトリウム0.7gに代えて炭酸ナトリウムを0.6g加えてpHを8に調整した以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0048】

## 実施例 10

F Aに代えて同重量(150g)のC<sub>2</sub>F<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCOCCl=CH<sub>2</sub>を使用し、塩化ビニルを使用せず、ステアリルアクリレートの量を100gに増やし、炭酸水素ナトリウム0.7gに代えて炭酸ナトリウムを0.6g加えてpHを8に調整した以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0049】

## 実施例 11

炭酸水素ナトリウムを使用しない以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0050】

## 実施例 12

エポキシ化大豆油を使用しない以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0051】

## 比較例 1

塩化ビニルおよびエポキシ化大豆油および炭酸水素ナトリウムを使用せず、オクタデシルトリメチルアンモニウムクロライド5gをポリオキシエチレンラウリルエーテル25gに追加する以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0052】

## 比較例 2

エポキシ化大豆油および炭酸水素ナトリウムを使用しない以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0053】

## 比較例 3

エポキシ化大豆油を使用せず、炭酸水素ナトリウム0.7gに代えて水酸化ナトリウムを0.2g添加してpHを9に調整する以外は、実施例1と同様の手順を繰り返した。結果を表1に示す。

## 【0054】

表 1

	含塩素重合性 化合物	工 <sup>1</sup> ・キ化化合物	弱塩基性 化合物	初期 pH 設定	界面活性剤	初期 $50^{\circ}\text{C} \times 1\text{カ月}$ 後	黄変 (初期)
実施例 1	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化大豆油	炭酸水素ナトリウム	7	○	—	○ ○
実施例 2	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アマニ油	炭酸水素ナトリウム	7	○	—	○ ○
実施例 3	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化大豆油	炭酸水素ナトリウム	6	○	—	○ ○
実施例 4	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アリート	炭酸水素ナトリウム	7	○	—	○ ○
実施例 5	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アリート	炭酸水素ナトリウム	8	○	—	○ ○
実施例 6	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アリート	炭酸水素ナトリウム	7	○	○	○ ○
実施例 7	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アリート	炭酸水素ナトリウム	6	○	○	○ ○
実施例 8	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化アリート	炭酸水素ナトリウム	8	○	—	○ ○
実施例 9	C <sub>4</sub> F <sub>9</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> Cl=CH <sub>2</sub>	工 <sup>1</sup> ・キ化大豆油	炭酸水素ナトリウム	8	○	—	○ ○
実施例 10	C <sub>2</sub> F <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> Cl=CH <sub>2</sub>	工 <sup>1</sup> ・キ化大豆油	炭酸水素ナトリウム	—	4	—	○ ○
実施例 11	塩化ビニル	工 <sup>1</sup> ・キ化大豆油	炭酸水素ナトリウム	—	4	○	○ ○
実施例 12	塩化ビニル	—	炭酸水素ナトリウム	8	○	—	○ ○
比較例 1	—	—	—	5	○	○	○ ○
比較例 2	塩化ビニル	—	—	3	○	—	△ ×
比較例 3	塩化ビニル	—	水酸化ナトリウム	9	○	—	1 ×

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 優れた撥水撥油性を基材に付与でき、優れた保存安定性を有する撥水撥油剤分散液を提供する。

【解決手段】 (I) パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基もしくは $\alpha$ -置換アクリル酸基を有する重合性化合物、含塩素重合性化合物、および場合により存在するそれらと共に重合可能な重合性化合物との共重合体、ならびに (II) 塩酸を捕捉する化合物を含んでなる撥水撥油剤水性分散液。

【選択図】 なし

特願 2003-383495

出願人履歴情報

識別番号 [000002853]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住所 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービル  
氏名 ダイキン工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects/in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**